

(様式第 5 号)

X線トポグラフィーを用いた熱化学エッチング処理による 4H-SiC 単結晶基板表面の基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察
Observation of conversion behavior from the basal plane dislocations to the threading edge dislocations on the single crystal 4H-SiC substrate surface by thermal chemical etching using X-ray topography

鳥見 聡, 篠原正人
Satoshi Torimi, Masato Shinohara

東洋炭素株式会社
Toyo Tanso Co., Ltd.

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

4H-SiC 単結晶基板表面のエピタキシャル成長前の新たな表面処理法として熱化学エッチングである Si 蒸気圧エッチング法に着目し、Si 蒸気圧エッチングがもたらす SiC 基板表面の転位構造の変換挙動を放射光 X 線トポグラフィーにより調査した。Si 蒸気圧エッチングされた SiC 基板表面において基底面転位の貫通刃状転位への変換が観察できた。またエピタキシャル成長後、変換された貫通刃状転位からはエピタキシャル膜への基底面転位の伝播は確認されなかった。

We have been focused on the the completely thermal-chemical etching process; Si-vapor etching technology as a new epi-ready surface process for 4H-SiC single crystal substrate. The conversion behavior of the dislocation structure on the Si-vapor etched surface was observed by the synchrotron X-ray topography. The conversion of the basal plane dislocations (BPD) to the threading edge dislocations (TED) were observed on the SiC substrate surface after Si vapor etching. After epitaxial growth, the propagation of BPD from converted threading TED to the epitaxial layer was not confirmed.

2. 背景と目的

半導体 SiC エピタキシャルウェハのエピタキシャル膜中に含まれる基底面転位は、バイポーラ動作するデバイスにおいて順方向通電時にシングルショックレー積層欠陥へ拡張して順方向劣化と呼ばれるオン電圧の増大をもたらす[1]。一般に SiC 基板中の基底面転位は、エピタキシャル成長技術の進展によってそのほとんどがエピ/基板界面で無害な貫通刃状転位に変換されエピタキシャル膜中の基底面転位を排除可能であるが、高電流密度で通電した場合には少数キャリアがエピタキシャル膜よりさらに深いエピ/基板界面にまで到達し基板中の基底面転位が積層欠陥に拡張して順方向劣化を引き起こすことが報告されている[2]。この対策として基板中の基底面転位の低減が求められるが、インゴット結晶成長時に形成される基底面転位そのものの低減は困難である。

そこで我々はエピタキシャル成長前の新たな SiC 表面処理法として熱化学エッチングとなる Si 蒸気圧エッチング法[3]に着目している。Si 蒸気圧エッチング法は、純粋な Si 蒸気圧のもと 1600～2200℃の高温で SiC ウェハを加熱することによって $\text{SiC(s)} + \text{Si(g)} \rightarrow \text{Si}_2\text{C(g)}$ のエッチング反応を得

る。本手法により SiC 表面に残存する潜傷などの加工歪層を物理的なダメージレスで除去するとともに分子層ステップからなる平滑な表面を得ることができる[4]。さらに、これまでの研究によって Si 蒸気圧エッチング法は従来のウェハ仕上げ加工法である化学機械研磨 (CMP) と比較してエピタキシャル成長時に基底面転位から貫通刃状転位への変換率が高い[5]ことが確認できており、この効果の仮説のひとつとして Si 蒸気圧エッチング法による高温プロセスが基板最表面の基底面転位を熱エネルギーによって貫通刃状転位に変換している[6-7]ものと推察しているが、Si 蒸気圧エッチング法においてその変換挙動を直接観察し検証するまでに至っていない。

本実験では高分解能観察可能な放射光による X 線トポグラフィーを用いて Si 蒸気圧エッチング法による表面処理前後の 4H-SiC 基板最表面の基底面転位の形態の変化ならびにエピタキシャル成長後のエピタキシャル膜中への基底面転位の伝播挙動を非破壊で観察することによって、Si 蒸気圧エッチング法の転位変換の効果を確認しその転位変換挙動を理解することを目的とする。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

市販の 4 インチ 4H-SiC (0001) 4° オフ Si 面 CMP ウェハ 2 枚を準備し、表 1 に示す各処理工程でのウェハ表面の基底面転位ならびに貫通刃状転位を BL09 での反射法による斜入射 X 線トポグラフィー (11-28 反射) で観察した。このときウェハの転位密度をなるべく同じ条件で比較するために同一インゴットから切り出されたウェハを用いた。なお、試料①と②では意図的に異なる Si 蒸気圧エッチング量を施し転位変換挙動の差を比較した。

表 1. 実験処理条件および評価工程表

工程	未処理	評価 1st	処理 1st	評価 2nd	処理 2nd	評価 3rd
試料①	CMP	X 線トポ	Si 蒸気圧エッチング A (3 μm エッチング)	X 線トポ	エピタキシャル成長 (膜厚 10 μm・窒素濃度 1×10 ¹⁶ cm ⁻³)	X 線トポ
試料②			Si 蒸気圧エッチング B (<100nm エッチング)		エピタキシャル成長 (膜厚 10 μm・窒素濃度 1×10 ¹⁶ cm ⁻³)	

4. 実験結果と考察

図 1 は表 1 の試料①②の各処理前後の同点 X 線トポグラフ像観察結果である。得られた X 線トポグラフ像より、SiC 基板最表面に観察される線状の基底面転位の先端部分が Si 蒸気圧エッチング後に白点で示される貫通刃状転位へ変換されていることを試料①②の複数箇所を観察することに成功した。このことから 2 条件の異なるエッチング量においても基底面転位から貫通刃状転位への変換効果が得られることを確認した。また、エピタキシャル成長後において変換された貫通刃状転位の部分からエピタキシャル膜へ基底面転位が伝播しないことも確認した。上記の結果は、エッチピット法 (破壊評価法) により確認できている Si 蒸気圧エッチング表面のエピタキシャル成長時の高変換率結果 [5] を支持するものである。以上より、放射光による X 線トポグラフィーを用いることによって高分解能かつ非破壊で、Si 蒸気圧エッチング表面の転位変換の効果を確認することができた。

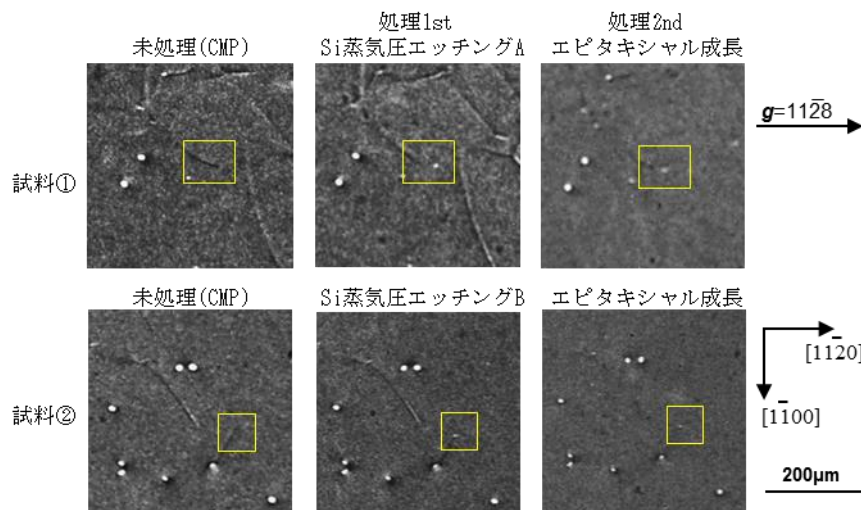


図 1. CMP 表面の Si 蒸気圧エッチングならびにエピタキシャル成長後の X 線トポグラフ像

5. 今後の課題

今回の X 線トポグラフィー評価を通して、貫通刃状転位に変換されなかった基底面転位も確認された。今後、Si 蒸気圧エッチングによる基底面転位から貫通刃状転位への変換効率向上に向けたエッチング処理条件の探索、Si 蒸気圧エッチングにより変換される基底面転位の転位構造の解明などが課題として挙げられる。

6. 参考文献

- [1] H. Lendenmann, et. al., Materials Science Forum, Vols. 433-436 (2003) pp 901-906
- [2] K. Konishi, et. al., Journal of Applied Physics 114, 014504 (2013)
- [3] 竹川大輔, 東剛, 松田一宏, 森田駿佑, 長田淳仁, 大谷昇, 金子忠昭, SiC 及び関連ワイドギャップ半
導体研究会 第 17 回講演会 (2008) P-12.
- [4] S. Torimi, et. al., Materials Science Forum, Vols. 897 (2017) pp 375-378
- [5] 須藤悠介, 芦田晃嗣, 鳥見聡, 坂口卓也, 金子忠昭, 野上暁, 北島真, 先進パワー半導体分科会
第 4 回講演会 (2017) IIA-26
- [6] 特許 5958949 号、電力中央研究所
- [7] N. A. Mahadik, et. al., Materials Science Forum, Vol. 858, (2016) pp 233-236

7. 論文発表・特許 (注: 本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

該当なし

8. キーワード (注: 試料及び実験方法を特定する用語を 2~3)

SiC、X 線トポグラフ、基底面転位、貫通刃状転位

9. 研究成果公開について (注: ※2 に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消して
ください。また、論文 (査読付) 発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してく
ださい (2018 年度実施課題は 2020 年度末が期限となります)。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文 (査読付) 発表の報告

(報告時期: 2019 年 12 月)